

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号  
特表2000-507363  
(P2000-507363A)

(43)公表日 平成12年6月13日 (2000.6.13)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
G 0 9 F	3/10	G 0 9 F	3/10
B 6 5 D	23/08	B 6 5 D	23/08
B 6 7 C	7/00	B 6 7 C	7/00
G 0 9 F	3/02	G 0 9 F	3/02

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 37 頁)

(21)出願番号	特願平9-533372
(86) (22)出願日	平成9年3月19日(1997.3.19)
(85)翻訳文提出日	平成10年9月21日(1998.9.21)
(86)国際出願番号	PCT/NL 97/00137
(87)国際公開番号	WO 97/35290
(87)国際公開日	平成9年9月25日(1997.9.25)
(31)優先権主張番号	96200780.3
(32)優先日	平成8年3月20日(1996.3.20)
(33)優先権主張国	ヨーロッパ特許庁 (EP)
(31)優先権主張番号	96202264.6
(32)優先日	平成8年8月12日(1996.8.12)
(33)優先権主張国	ヨーロッパ特許庁 (EP)

(71)出願人	ハイネケン テクニカル サービシーズ ビーブイ オランダ国 2382 ピーエッチ ゼーテル ウーデ バーゲミースター スミーツウエ グ 1番地
(72)発明者	プランズ トーマス リン アメリカ合衆国 ニューヨーク 13865 ウインザー フランダース ヒル ロード 403番地
(74)代理人	弁理士 伊藤 武雄

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 インキ包み込み層を有する転写ラベル、転写層を含む容器並びにかかる容器を洗浄する方法

(57)【要約】

本発明は裏打ち層および裏打ち層に剥離可能に接着された転写層からなる転写ラベルに関する。この転写層はインキ層およびインキ層の両側の頂部および底部包み込み層からなる。頂部および底部包み込み層はインキ層の周囲の外側で互いに接触し、インキ層の周りに閉鎖された包みを形成する。本発明にかかる転写ラベルはクレートの如き容器に適用され、洗浄法で洗浄液にインキが溶解することなく容器から容易に除去せられる。

## 【特許請求の範囲】

1. 裏打ち層と該裏打ち層に剥離可能に接着された転写層とからなり、該転写層がインキ層を含む、転写ラベルで、転写層がインキ層の両側にそれぞれ頂部包み込み層と底部包み込み層を有し、この頂部包み込み層と底部包み込み層がインキ層の周囲の外側で互いに接触しインキ層の周りに閉鎖された包みを形成していることを特徴とする転写ラベル。
2. インキ層が $0.5\text{mm}^2 \sim 500\text{cm}^2$ の寸法の独立区域群を含み、頂部包み込み層と底部包み込み層が独立区域群の外側で互いに接触しインキ層の各独立区域の周りで個別の包みを作っている請求項1記載の転写ラベル。
3. 転写層が容器に適用された後、洗浄液を用いる洗浄法で前期容器から除去される時、インキ模様の独立区域群の周りの包みの大部分が閉鎖されたまま残る請求項1記載の転写ラベル。
4. 洗浄法で転写層が、温度100°C以下好ましくは70°C以下の水性溶液中、20分以内好ましくは10秒以内のソーキング時間内に乱流条件下で、少なくとも4片に分解し容器から剥離せられ、転写層の分解時に作られる小片の大部分のサイズがインキ模様の独立区域の寸法より小さくはない請求項3記載の転写ラベル。
5. インキが水溶性である請求項1～4のいずれかに記載の転写ラベル。
6. 頂部包み込み層が非着色インキからなり、底部包み込み層が接着剤からなる請求項1～5のいずれかに記載の転写ラベル。
7. 頂部包み込み層が不連続で、インキ模様と一致して設けられる請求項1～6のいずれかに記載の転写ラベル。
8. 底部包み込み層が不連続である請求項1～7のいずれかに記載の転写ラベル。
9. インキ模様の独立区域群の外側の転写層がソーキング液を透過しうる請求項1～8のいずれかに記載の転写ラベル。
10. 転写層が接着剤層を含み、その粘着性はソーキング液との接触で少なくとも減少し好ましくはソーキング液に溶解せられる請求項1～9のいずれかに記載の転写ラベル
11. 接着剤層が触れん足でインキイ模様と一致して位置せしめられる請求項1

0記載の転写ラベル。

12. ソーキング液が水性アルカリ液である請求項3あるいは4記載の転写ラベル。

13. 包み込み層の厚みが30マイクロメートル以下、好ましくは20マイクロメートル以下で、重量が $1\sim10\text{g}/\text{m}^2$ である請求項1～12のいずれかに記載の転写ラベル。

14. 重量が $1\sim10\text{g}/\text{m}^2$ 、好ましくは $3\sim7\text{g}/\text{m}^2$ の接着剤層を含む請求項1～13のいずれかに記載の転写ラベル。

15. 接着剤層が少なくとも2つのサブ層を含み、容器に付着させた時、容器に近い方のサブ層の粘着性が容器から離れて位置する接着剤層の粘着性より弱い請求項1～14のいずれかに記載の転写ラベル。

16. 請求項1～15のいずれかに記載の転写ラベルを用い適用された転写層を有する容器。

17. 転写層の上にアクリル系ワックスからなるカバー層が適用されている請求項16記載の容器。

18. カバー層が転写層を容器に接着指せる時あるいはその後に接着せられる請求項17記載の容器。

19. 転写層が容器に適用されたあと、40～100℃、好ましくは50～90℃で加熱処理競られた請求項16～18のいずれかに記載の容器。

20. 転写層を受容するための適用面で表面張力が少なくとも60ダイン/cmのものを含む請求項15～19のいずれかに記載の容器。

21. 容器上のラベルが乾燥状態で1～7Nの鉛筆硬度を有し、ソーキング液としての20℃の水に1～15分間ソーキングされた後0.5N以下の鉛筆硬度を有する請求項16～20のいずれかに記載の容器。

22. 容器上のラベルが3時間後、0以上、 $100\text{g}/\text{m}^2$ 以下好ましくは約 $5\text{g}/\text{m}^2$ の水吸収値を有する請求項16～20のいずれかに記載の容器。

23. 水性ソーキング液中に容器を20分以内、好ましくは1分以内の間つけ、ソーキング液温は100℃以下、好ましくは70℃以下で、その間ソーキング液

に乱流を生ぜしめ、ラベルが少なくとも4部分に分解し、各部は5マイクロメータより小ではなく、容器から剥離し、インキの大部分は包みの内部に含まれるようとする工程、

ソーキング液を篩を通しポンプ送りしラベル小片を篩上に捕集する工程、および定期的、好ましくは連続的にラベル片を集め除去して篩を清浄化する工程を含む請求項16～22のいずれかに記載の容器の洗浄法。

24. 篩の目のサイズが0.1mm～10mm、好ましくは約2mmである請求項23記載の方法

25. 容器をソーキング液中に入れる前及び／又は後に容器上に水ジェットを衝突させる工程を含む請求項23あるいは24記載の方法。

26. ソーキング液が0.1～5重量%、好ましくは0.5重量%のNaOHを含む請求項22～24のいずれかに記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

発明の名称 インキ包み込み層を有する転写ラベル、転写層を含む容器並びにかかる容器を洗浄する方法

### 発明の背景技術

本発明は裏打ち層及び裏打ち層に除去可能に付された転写層からなり、該転写層はインキ層を含む、転写ラベルに関する。

本発明はまた本発明に係る転写層を備えた容器ならびにかかる容器から転写層を除去する方法に関する。

包装技術分野でシルクスクリーン法により除去できない永久像を設けることによりプラスチッククレートの如き容器にラベル付けすることは周知である。かかるラベルは2色あるいは3色を用い非常に耐久性のある仕上げが可能である。しかしながらこの方法では色数に制限があり、他のラベル付け法によるような良好なグラフィックスは得られず、市場戦略に合致するグラフィック変化への適応性を欠き大量の旧式在庫品につながり、たった約4回の巡回で磨耗の兆しがみられる傾向がある。

除去可能なインキが再使用可能なプラスチッククレートにスクリーン印刷法あるいはタンポン印刷法で適用せられる場合、インキは例えば醸造所の如き瓶詰め工場で適用されねばならず、これは位置あわせに関して問題を含んでいる。クレート洗浄器でクレートから除去するとき、インキは洗浄液に溶解しクレート洗浄器を汚染する。さらにまた適用速度が限られており、インキの硬化に広い空間と配送前の長時間の貯蔵を必要とする。

第2の容器ラベル付け方法はプラスチッククレートに商品をつめて封をするとき印刷された紙ラベルをプラスチッククレートあるいは瓶の如き容器に張りつける方法である。この型のラベルはしかしながら取扱ならびに湿度に晒されることからのラベル損傷(ちりめんじわ)にたいしての耐性が小である。また紙ラベルはクレートからの剥がしが困難であり、今日使用されているクレート洗浄器を詰まらせる傾向がある。紙ラベルをプラスチッククレートから剥がした時、糊残渣がクレート上に残る。

第3の容器、特にガラス瓶へのラベリング法はWO90/05088に記載

されている原理に基づくものである。この瓶ラベリング法では耐久性で耐衝撃性の高いラベルを与え、しかも鮮明度の高いラベル印刷が可能である。除去可能な裏打ち層を有する転写ラベルが提供され、この裏打ち層はビニルあるいはアクリルインキで反転印刷されており、該

インキは硬化され接着剤が上側に印刷されている。このラベルを接着剤表面が容器に接触するように容器に適用せられる。次に例えば熱を容器にあるいはラベルに、あるいはその双方に加えて裏打ち層がラベルの転写層から分離せられる。ラベル付け容器に次に被覆が適用され硬化せしめられる。この硬化被覆は所望度の衝撃耐性ならびに耐久性を与える。永久的な付着ラベルの欠点はこれらラベルに傷あるいは他の損傷をうけた時瓶からそれらを容易に剥離することが出来ない点である。さらに同じ容器に宣伝活動に必要な新しい及び／又は違ったラベルを1回毎に付すことは出来ない。

本発明の目的の1つは容器に容易に付着せしめられ且つ環境的に優しく除去しうる転写層を提供するにある。

本発明の別の目的はラベルからのインキが洗浄液を汚染することなく洗浄液を用いる洗浄法で除去されうるかかる転写ラベルを提供するにある。

本発明の更に別の目的は容器の貯蔵並びに使用中良好な接着性を有し、新規及び／又は異種のラベルでそのラベルを置換するため経済的に容器から極めて迅速に除去しうるかかる転写ラベルを提供するにある。

本発明の更に別の目的は印刷物質として水溶性インキを使用し、このインキは環境的に優しく食品分野で広く用いられているものである、かかるラベルを提供するにある。

本発明の別の目的は容易且つ経済的に除去されまた再度適用せられる魅惑的なラベルの付された返却可能クレートシステムを提供するにある。このラベルは比較的高速度で適用され除去される必要がある。

#### 発明の要約

本発明にかかる転写ラベルは転写層がインキ層の両側面にそれぞれ頂部包み込み層と底部包み込み層を有し、この頂部包み込み層と底部包み込み層はインキ層の

周囲の外で互いに接触しインキ層の周囲に閉鎖された外皮を作っている特徴を有する。

インキをこの包み込み層の間の囲みの中に包含せしめることにより転写層の付された容器から転写層をソーキング法あるいは高圧水ジェットを利用する方法の如き湿潤除去法により除去することが可能である。インキはかかる処理の間包みから漏れ出ることがなく、従って洗浄水の汚染は起こらない。湿潤除去法の間転写層中のインキの10重量%以下がアルカリ性洗浄液中に溶解する。その結果容器がインキで変色せられることが防止される。さらにまた洗浄液中のインキ量は排水処理工場での好気性ならびに嫌気性処理に影響し

ない程充分に低い。洗浄水中のインキ濃度が低いため排水処理工場のスラッジ中の金属蓄積が抑制され、このスラッジは政府規制で薬品廃液の如く処理される必要がない。洗浄液から除去されたラベルを単に捕集することにより極めて経済的な洗浄法が得られる。

好ましくはインキ層は $0.5\text{mm}^2 \sim 500\text{cm}^2$ 寸法の独立帯群を含み、頂部包み込み層と底部包み込み層はこの独立帯群のそとで互いに接触しインキ層の各帯域の周りにそれぞれ囲みを形成する。インキ層のこれら独立帯群を結合する転写層の区域はインキ層が包み込み層群の間に存在する区域に比して厚みが小である。転写層の容器への転写後にはラベル物質が独立インキ区域の外には存在しないようになることが出来る。こう言った厚みの小さい区域あるいは囲み外のラベルの空き地区域はラベルが分断されたいくつかの部分で除去せられるように洗浄液にとって自然の攻撃点をなす。洗浄液は印刷模様の周りの囲み外の区域を介してラベル-容器界面に接近するので、容器から転写層の極めて迅速な除去が可能であり、それによりラベルは別々の小片で除去せられる。これら小片は $0.1\text{mm} \sim 1.0\text{mm}$ 、好ましくは約 $2\text{mm}$ のサイズの開口を有する通常の篩をもちい洗浄液からふるい分けられる。

再使用可能なプラスチッククレートに本発明にかかる転写層を使用することが好ましいが、このラベルはまたPET瓶の如きプラスチック瓶、プラスチック食品トレイ、ガラス瓶等と組み合わせ使用することもできる。

本発明に係る好ましい転写ラベルはソーキング液が浸透可能な転写層を含む。

「透過可能」なる語は室温の水中で3時間後の水吸収度が $0.0 \sim 100 \text{ g/m}^2$ 、好ましくは約 $5 \text{ g/m}^2$ を有することを意味する。かかるラベルは室温の水での24時間後の水蒸気透過度が $50 \sim 750 \text{ g/m}^2$ 、好ましくは $600 \text{ g/m}^2$ を有する。

転写層はインキ模様を被覆するカバー層を含むことが出来、このカバー層は容器に転写層を付した時外側に面した表面を構成する。カバー層は連続層であっても不連続層であってもかまわず、インキ模様と一致して印刷されうる。アクリル系ワックスカバー層は例えば $0.5\% \text{ NaOH}$ 溶液で極めて有利に浸透せしめられ、しかも容器上のラベルの貯蔵ならびに使用条件下で水蒸気浸入に充分なバリヤーを与える。充分な耐久性と迅速且つ経済的除去をあわせもつ本発明にかかるラベルは乾燥状態で $1\text{N} \sim 7\text{N}$ の鉛筆硬度と、 $20^\circ\text{C}$ の水中1分～15分のソーキング時間後で $0.5\text{N}$ 以下の鉛筆硬度を有する。

好ましくは転写層は $100^\circ\text{C}$ 以下、好ましくは $70^\circ\text{C}$ 以下の水性液中乱流ソーキング条件

下で、ソーキング時間20分以内、好ましくは10秒以内に少なくとも4片に分解されるような立体配置を有する。転写層が容器から脱落する時、転写層の分解で生じる大多数の小片のサイズはインキ模様の独立帶域の寸法より小さくはないことが好ましい。いくらかの囲みは洗浄法の間に破壊されるが、これらのインキは包み込み層の実質的部分により依然囲まれているので囲み内に含まれるインキの漏れだしは比較的少ない。

本発明にかかる包み込み層の使用により、水溶性インキが用いられ得る。好ましい具体例に於いて、最頂部包み込み層は下にある印刷区域と相溶性のある非着色インキを含む。底部包み込み層は好ましくは接着剤層あるいは下にある接着剤層ならびに上に位置するインキ域相と相溶性のある中間層を含む。

頂部包み込み層は不連続でインキ模様と一致して印刷されていてよい。こうして底部包み込み層が転写層除去中に洗浄液により直接攻撃せられる。底部包み込み層も不連続である場合には、下にある接着剤層が洗浄液により直接攻撃せられ

うる。好ましい具体例に於いては包み込み層および下側の接着剤層双方が不連続で、すべて一致するように印刷せられる。

転写層を容器に適用した後、アクリルワックスからなるカバー層が転写層を横切って適用せられる。このアクリルワックスは相対的に水を通さず、従って容器使用中、ラベルに良好な耐スクラッチ性とラベル除去に対する耐性を与える。しかしながらこのアクリルワックスカバー層は水性アルカリ液は透過させ、例えば0.5%NaOH液で転写層が容易に除去せられる。

好ましくは転写層は容器に適用された後、加熱処理され転写層の少なくとも一部をちぢませる。この加熱処理により転写ラベルの種々の層群の融合が生じる。

貯蔵ならびに使用中の充分な耐久性と迅速且つ経済的な除去双方を合わせもつ本発明にかかるラベルは好ましくは容器に適用後に40~100°C、より好ましくは50~90°Cで加熱処理せられる。

ラベルの組成、保護被覆の採用、後処理（加熱処理）の性質を注意深く選択することにより転写層の特性、特に洗浄中の挙動に関する性質を決めることが出来る。

ラベル像を容器表面に接着するのに用いられる接着剤の選択は洗い落とし特性に影響する。接着剤は容器に転写層を適用する前あるいは適用中に賦活せしめられる必要がある。像を適用する容易且つ一般的に好ましい方法は反転印刷ラベルの形で像に適用されている加

熱賦活性接着剤を使用する方法である。他の方法には放射線、薬品、電子ビーム、マイクロ波、紫外線等で賦活される接着剤を使用する方法がある。光照射、湿分、酵素作用、圧力あるいは超音波処理で賦活される接着剤を使用することも可能である。

好ましい接着剤は低い粘着温度、好ましくは60~90°より好ましくは80~90°の粘着温度を有する。接着剤の独立層の代わりに転写層中にそれ自身賦活で粘着特性を有するインキを使用することも可能である。

好ましくは転写層を受容する容器の適用表面は少なくとも60ダイン/cmの表面張力を有する。本発明にかかる転写層を有する容器を洗浄する方法は下記工

程を含む。

—容器をソーキング液中に20分以内、好ましくは1分以内のソーキング時間つけ、このソーキング液の温度は100℃以下、好ましくは70℃以下で、ソーキング液中には乱流をおこさせラベルが少なくとも4片で各片は5ミクロメーターより小さくはならないものに分解され容器から剥離するようになし、インキの大部分は包み内部に含まれたままであるようにする

—ソーキング液を篩を通してポンプ送りしラベルの分解片を篩上に集める

—定期的にラベル片を集め除去して篩を清浄化する

本発明にかかる転写層は通常のクレート洗浄装置を用い、剥離したラベル片を篩わけによりソーキング液から除去することにより、除去されうる。ラベル片は全くソーキング液には溶けていないので、洗浄液を清浄化するための特殊な処理装置は不要である。

#### 図面の簡単な説明

本発明にかかる転写ラベル並びに洗浄法の具体例を以下添付図を参照し詳細に説明する。

図に於いて、

図1はそれぞれのインキ模様が個々の包み内にそれぞれ含まれている本発明に係る熱転写ラベルを示す。

図2は容器から、特にプラスチッククレートから本発明にかかる転写層を除去するための洗浄装置を示す。

図3は図2の洗浄装置の画線III-IIIでの横断面図である。

図4-7は本発明にかかる転写ラベルの転写層の種々の具体例を示す。

図8はインキ模様の周囲に種々のサイズの包みを有する本発明の1具体例にかかる転写ラベルの平面図である。

図9は本発明にかかる転写層を返却可能クレートに適用する方法を略図的に示したものである。

図10と11はワックスカバー層が無い場合とある場合について、種々の後加熱温度での転写層の除去時間をグラフ的にしめたものである。

### 発明の詳細な説明

図1は例えば2ミルの厚みのポリプロピレンフィルムで作られたキャリヤーあるいは裏打ち層2を有する本発明の1具体例にかかる転写ラベル1を示す。キャリヤーあるいは裏打ち層2の上にはシリコーン層3が位置せしめられている。シリコーン層3の上には転写層4が設けられ、このものは頂部包み込み層5、5'、インキ層7、7'、底部包み込み層6、6'及び接着剤層8、8'からなる。転写層4を容器に付着させるととき、キャリヤー層2とシリコーン層3は加熱加圧下に除去せられる。接着剤層8は転写層4を下の容器表面に密着させ、その外方に面する層は頂部包み込み層5、5'により形成せられる。

電子ビーム硬化シリコーン層3の設けられるラベルキャリヤー2は例えばニューヨーク州ロチェスターのモービルケミカル（フィルムディビジョン）から供給されている厚み1～3ミルのポリプロピレンフィルムである。シリコーン層3の上に頂部包み込み層5、5'を印刷する前に、シリコーン表面はコロナ処理が必要である。コロナ処理を行うと印刷材料で均一に湿潤させることが出来しかも転写層4の剥離が可能である。好ましくはこのコロナ処理はキャリヤー層2とシリコーン層3に対し頂部包み込み層5の最初の印刷が行われる短時間前に適用せられる。ターゲット処理レベルは3.5kWの約30%であるべきである。

シリコーン被覆キャリヤー層2の取扱中、シリコーン層3をスクラッチしないよう注意が払われるべきである。シリコーン層3を引っ搔くと頂部包み込み層5が下のポリプロピレンフィルム2に接触し密着し、これは適用時の転写層4の転写に悪影響を及ぼす。

頂部包み込み層5、5'は例えば非着色インキからなり幾つかの機能を有する。先ずそれは下側のインキ層7、7'への水浸透を遅くしあるいは抑制する。層5、5'は下側のインキ模様7、7'よりも広く印刷されるので、着色インキ層7、7'を完全に取り巻く包みの一部を構成する。さらにまた頂部包み込み層5、5'はインキとシリコーン解離面3の一貫した媒体を提供する。層5、5'はラベルの全転写特性にとり極めて重要である。

り少なくとも1.4g/m<sup>2</sup>の重量割合で適用さるべきである。頂部包み込み層

5、5'の適用に際してこの層は空気泡ならびにピンホールの無いことが重要である。また頂部包み込み層はその上に次のインキ層7、7'を印刷するまえに乾燥せしめねばならない。

剥離層3の上に頂部包み込み層5、5'を印刷した後、標準的テープ引き剥がし試験で測定して最適引き剥がし力100g以下でなければならない。適用5時間内で頂部包み込み層の引き剥がし力は約60%減あるいは40gである。この特定引き剥がし力で包み込み層5は完全に除去さるべきである。頂部包み込み層5、5'の適當な材料はノースカロライナ州モーガントンのエンビロノメンタルインクス アンド コーティングから型番1304として市販されている。

インキ層7、7'の好ましいインキの例はエンビロノメンタル インクス アンド コーティングからBW EH-31721, EH 53016, EH 90967として市販されている水性有機材料である。これらのインキは200℃以上の温度でも非常に安定で変色したりあるいは接着力を失うことがない。

底部包み込み層6、6'は接着剤層8、8'と着色インキ層7、7'の間の強力な界面をあたえる。それは化学的にインキにアンカーすべく調製されておりまた接着剤層の優れた湿潤と固定を与える。底部包み込み層6、6'はインキ層7、7'の外側を頂部包み込み層5、5'に付着させそれぞれのインキ模様7、7'の周りに閉鎖包みができるようとする。底部包み込み層6、6'の好適な材料はエンビロノメンタル インクス アンド コーティングからXP 11358として市販されている。

接着剤層8、8'は水性有機材料により形成せられ、3ステーションのような多数の連続したフレクソグラフステーションで印刷され、あるいは單一ステーションで流し塗りせられる。接着剤層8、8'はまた单一のグラビア印刷ステーションで適用されうる。好ましくは接着剤層8、8'は熱賦活され80~107℃の低い粘着温度を有する。好ましい接着剤重量は約3.5g/m<sup>2</sup>である。

何層もの転写層4はフレクソグラフ印刷機で10印刷ステーション以内で適用せられる。層5、5'、6、6'及び3つの独立した接着剤層からなり得る接着剤層8、8'の印刷に5つのステーション用いることができる。残りの5つのフレクソグラフ印刷ステーションで5種の着色インキ7、7'が適用されうる。

フレクソグラフ印刷法の代わりに、コロナ処理器の付されたグラビア印刷機も使用されう

る。材料消費はフレクソグラフ法の場合より多く包み込み層5、5'および6、6'並びに接着剤層8、8'の適用に3つのグラビア印刷ステーションが必要である。

層5、5'、6、6'及び8、8'を適用するのにまたロータリースクリーン印刷法を用いることも出来る。底部包み込み層6、6'の印刷時にはそれがインキ模様7、7'の周囲よりも伸びているが頂部包み込み層5、5'の周囲までにとどまる様注意が必要である。接着剤層8、8'が底部包み込み層の周囲よりも伸びていて最頂部包み込み層5、5'の周囲と一致していることが好ましい。

図2は運送コンベアー11を介しクレート洗浄器10に供給されるクレート12から本発明により転写層を除去するためのクレート洗浄装置の略図的な側面図である。クレート12は先ず予備洗浄ステーション13に送られ、運送コンベアー11の上下に位置する多数のノズル14から供給せられる予備洗浄液が噴霧せられる。コンベアー11の速度はクレート11の予備洗浄ステーション内の滞留時間が6~8秒であるような速度である。予備洗浄液の温度は60℃であり、この予備洗浄液は好ましくは0.5%NaOH溶液である。予備洗浄ステーション13中を通過した後、クレートはコンベアー11の下方傾斜部16を介しソーキングステーション15中へと送られる。クレートのソーキングステーション中の滞留時間は10~40秒である。ソーキングステーションに於いてクレートは完全に水没され、ソーキング液は乱流ソーキング条件が得られるようにノズル35によりソーキングステーション15中で循環せられる。この乱流ソーキング条件は例えばソーキング液全量が5m<sup>2</sup>でソーキングステーション15からの液体をノズル35を介して60m<sup>3</sup>/時間の割合で再循環させることで得られる。ソーキングステーション15中で転写層がクレート12から完全に除去され、クレートにその破片が全く残らぬようになると重要である。子のような小片が残ると乾燥した時それらがクレートに強固に粘着しクレート面の望ましからざる汚染となる。

ソーキングステーション15からクレートは下方傾斜コンベアトラック17を介して後洗净ステーション18に送られる。后洗净液は温度30℃のみずからなる。后洗净ステーション18中のクレートの滞留時間は6~13秒である。各洗净ステーション13、18及びソーキングステーション15には筛わけ部20、21および22が接続されている。各ふるい分け部は回転ベルト筛23、24、25を有し、これらはそれぞれモーター26、27、28で駆動せられる。ポンプ29、30及び31

が洗净液およびソーキング液を各関連セクションから例えば $60\text{ m}^3/\text{時間}$ の割合で回転筛ベルト23、24、25中へと吸引する。ふるい分けされた液は予備洗净ステーション13、后洗净ステーション18中のノズル14及び19及びソーキングステーション15へともどされ再循環せしめられる。

図3は図2の画線III-IIIに沿った横断面図である。筛ベルト24が2つのローラー37、38を周り回転せしめられることが判るであろう。この筛ベルト24の先端はソーキングステーション15内のソーキング液の水面より上に伸びている。筛ベルト24はメッシュサイズ2mmの2層ベルト様ふるい分け素子からなる。操作中に筛ベルト24は連續回転しソーキングステーション15でおおくの小片に分解した転写層からのラベル片が筛ベルトを目つまりさせぬようになるとが重要である。スプレーノズル39が高圧水あるいは空気ジェットによりベルト様ふるい分け素子の表面を清浄化する。除去されたラベル素子は捕集室40で捕集せられる。

予備洗净ステーション13及びソーキングステーション15で0.5%NaOH液を使用することによりクレートからの極めて有効なラベル除去が達成せられることが見いだされた。しかしながらクレート洗净器10に入る前にラベルを軟化させる予備処理物質をラベル上に適用することも可能である。例えば界面活性成分をクレート12にクレート洗净器10に送る時適用することが可能である。またクレート洗净器10に入れられる前にラベルを攻撃開始するゲル様の化学組成物質を適用することも可能である。かかる場合クレート洗净器10ではアルカリ溶液の代わりに水のみを使用することができる。

図4は裏打ち層48、シリコーン剥離層49および転写層50からなる本発明のべつの具体例にかかる転写ラベルを示す。転写層50のインキ層52は例えば10X10cmの寸法を有する連続層である。頂部包み込み層51および底部包み込み層53はインキ層52を包み、インキ層の周囲で互いに交わっている。それによりインキ層の周囲に单一の包みが形成せられる。転写層50をその適用されている容器から除去する時、転写層50はいくつかの小片に破壊せられる。それにより頂部包み込み層51および底部包み込み層53で作られた包みが破壊せられる。しかしながらそういった場合にも依然充分な包み込みがのこりインキ層52が洗浄液中に溶解することを抑止することが見いだされた。

図5の具体例ではインキ層52が独立区域52、52'から構成されている。インキ層の各区域は例えば個々の文字、文章あるいは個々の言語ブロックで作られている。個々の区

域52、52'はまたべつのグラフィックで構成されうる。頂部包み込み層51は各インキ区域52、52'の周囲をめぐり底部包み込み層53に接合していることが示されている。こうしてそれぞれ独立したインキ区域の周りに包みが形成され充分な包み込みが可能である。

図6の具体例に於いては頂部包み込み層51が独立区域52、52'を形成している。頂部包み込み層51、51'の独立区域群の間の開放域を通じて洗浄液は容易に浸透し下側の包み込み層53及び接着剤層54を攻撃する。

図7に示される如く接着剤層54、底部包み込み層53、インキ層52および頂部包み込み層51はそれぞれ一致して印刷され、独立した区域51、51'、52、52'、53、53'及び54、54'を作る。かかる転写層は極めて魅力的外観を有し、容器表面は各個のインキ区域52、52'の間で明瞭に目視せられる。この特殊構造では洗浄液が各インキ区域52、52'の間の開放区域中を浸透して洗浄液が極めて迅速に接着剤層54、54'を攻撃しうるので迅速な洗浄性が得られる。

図8に示される如く、本発明にあつかる転写層はおおくの部分を含みうる。例えば絵の様なグラフィック対象物55が单一のインキ層からなり、その周囲55'

が図4に示す構造の頂部包み込み層と底部包み込み層の間に包まれる。グラフィック対象物55の代わりにテキスト56の独立線群が図5、図6あるいは図7の構造で頂部包み込み層と底部包み込み層の間に包まれうる。58で示される如く文章の各文字がそれぞれ頂部包み込み層と底部包み込み層の間に包まつてもよい。

図9は本発明にかかる転写ラベルから転写層を返却可能クレート59に適用する方法の略図的解説図である。

ラベル適用法を順次説明する。ステーション60は火炎加熱器あるいはバーナー60'を用い予備加熱処理で表面処理し温度安定化する工程を示す。2つのポリマー材料の接着をおこなうには清浄度、圧力、温度、接触時間、表面粗度、接着中の動き並びに接着剤フィルムの厚みなど多くの因子が考慮されねばならない。さらに別の重要な考慮点は臨界表面張力である。一般に受け入れられている臨界表面張力を測定する方法はダイン液を用いる方法でこれは周知である。大部分の接着剤適用においてポリエチレンの臨界表面張力は31ダイン/cmである。一連の試験が実施され、ポリエチレン表面に対する前述の接着剤の最良の接着には60~70ダイン/cmの処理レベルが必要であることが判明している

。市販装置による更なる試験で火炎処理が資本的コスト、操作コスト及び所望の臨界表面処理に達するまでの時間で最適であることが判明した。

接着剤が迅速に粘着になり粘着性を保つには、ラベル接着剤を容器に接触させる前にポリエチレンクレート59をステーション61で加熱する必要がある。容器の変形を防止するため、表面を200°F(93°C)以上には加熱しないことが望ましい。火炎処理から離れる時の表面温度は大体125°F(93°C)であるから、表面を約75°F(24°C)ステーション61で加熱する必要がある。ここでもまた加熱に多くの選択が可能である。加熱空気、追加的火炎加熱器、ガス燃焼赤外線パネル、電気的セラミックパネルが全て試験されたがいずれもゆっくりしそぎているか、あるいは制御が困難である。局部的なラベル転写のため帯域コントロールを有する電気的に加熱される平坦な溶融石英エミッタプレート61'が大気の環境的因子の影響なしに赤外線エネルギーの最大フリーエアー伝送

を与えることが見いだされた。ポリエチレンに対し0.9の輻射率で1652°F (900°C) から1725°F (940°C) の間の所望エミッタプレート温度がピーク吸収に最も有効な波長 (2.5~3.2 μm) の赤外線エネルギーを放射する。試験したユニットは1平方インチ当たり60ワットで評価された。ポリエチレン表面を必要な75°F (24°C) 加熱するための時間はエミッタプレートから2.5 cmの距離で4.5秒であった。

ステーション62はラベル適用法を示しそこで転写層のコロナ処理シリコーン被覆への結合を克服するのに熱賦活接着剤の粘着特性を利用してポリプロピレンフィルム基体から印刷インキ材料をポリエチレン表面に転写するのである。転写に影響する因子は接触時間、接触時の温度、接触中のフィルム張力、特にインキリース後のフィルム上の張力である。加圧ロール63の直径も1因子であるがこれは変わらない。本具体例ではロールの直径は38 mmである。このローラー63はスチール芯の上にシリコーンゴムが設けられゴムジュロメーターで50ショア-Aから80ショア-Aの範囲の硬度を示すものである。より高いジュロメーター硬度ではゴムローラーの変形（平坦化）は少なく、従って接触面積も小で転写圧は高いことが注目されるべきである。これは接触時間を最小限にするよりライン速度の高い場合に重要である。かくして38 mmの直径のローラー上を毎分18.3メートル（毎分60フィート）の速度で移動するクレートはローラーの変形なしにローラー回転1度に対し1ミリ秒の接触時間有する。

ローラー圧は通常のソレノイドバルブにより賦活されるエアーシリンダー64により与えられ、このバルブは1つはローラーを前進させ他の1つは引き戻す2つの近接スイッチにより操作される。他の手段、例えば機械的結合は当業者に明らかであるのでここには述べられていない。この圧力はシリンダーの長さにわたり分布され、この特定インキには、ローラー長1センチメートル当たり12乃至17 Kgの伝達範囲が望ましい。

このように本発明では加熱で賦活された接着剤が高エネルギークレート表面に接着されるためクレートがローラーを通過し移動するのと全く同じ速度でフィルムが前進せしめられることになる。自由に回転する加圧ローラー63はフィルム並

びにクレートの線速度と同じ接線速度を保つ。こうしてインキは変形なしに完全に転写される。

迅速且つ完全な接着目的で加圧ローラー63は中空芯に成形せられる。この中空芯内にコントローラーを通じて操作される抵抗加熱器が懸垂されている。500ワットに設定された加熱素子がローラー表面を任意の予定された温度に保つ。本発明目的に対しローラー表面温度は250°F(120°C)~370°F(190°C)の範囲である。

多くのシリコーン被覆ポリマーフィルムが印刷基体に用いられる。ポリエステルの如き高温フィルムが加熱ローラーとの連続接触で操作され得る。ポリプロピレンの如き低温フィルムはラベル付け操作の休止時には加熱ローラーとの接触をさけねばならない。このためにローラーが引き込められる時、フィルムを支持するためフィルムガイド65が用いられる。これらのガイド65はガイドとラベル付け表面の間に約13mmの隙間が得られるように設けられる。同時にローラーはフィルムから約13mm後ろに引き込められる。こういった隙間を設けることによりポリプロピレンの如きフィルムの引っ張り並びに変形が避けられる。高温度フィルムではガイド類を必要としない。

フィルム張力、特にローラーのフィルム出口側のフィルム張力が完全なインキ転写にとり重要である。試験により約2.5Kgの連続的張力が有用であることが見いだされた。これはスプリング荷重ダンサーーム及びローラーを用い達成される。

従来のニップロールおよびステッピングモーターがフィルムを次のラベルまで前進させ、光学的監視装置を作動開始させるため印刷マークを使用し正確にそれを位置せしめるのに使用せられる。

何気ない取扱でのスクラッチに対しインキを保護しまた戸外貯蔵時の耐候性を確実にすることはステーション66でアクリルベースワックスエマルションを適用することにより達

成せられる。このエマルションはロールアプリケータ68により適用され、該アプリケーターにはウェットローラーから制御された量の塗料が供給せられる。制

御はドクターナイフにより達成せられる。塗料はインキ模様の縁を十分に通過してのび、これらの縁を進入湿分から遮断する。

最後の処理工程はステーション67での、被覆、ラベルインキならびに接着剤の層を火炎加熱器67'により融合させまたクレート59で形成されたポリエチレン基体と接着剤層を相互拡散させることである。この発見はおおくの加熱システムの膨大な試験結果によりなされた。火炎処理がラベル接着に必要な表面エネルギーを与える最善の技術であることが見いだされ、次いでラベル並びに被覆複合材を火炎処理することが適用されたラベルの機械的特性を変えること無くあるいは視覚的特性を変えることなく、あるいはポリプロピレンクレート59を変形するところなく、所望の水浸積耐久性を得るのに最善の方法であることが見いだされた。

本発明にかかる好ましい転写層の粘着性及び洗浄性に影響する各種特性をしめすため、下記の試験が実施された。これには洗浄試験、鉛筆引掛け試験、水吸収/放出試験、水蒸気透過度試験を含む。

#### 洗浄試験

本発明にかかるラベルについての最適な洗浄条件を決定するために、図4に示される様な構成の転写層50がポリエチレンクレートに適用された。このラベルの寸法は約10X10センチメートルで接着剤層54は100%ウレタン接着剤で粘着温度79℃のものであった。このラベルは温度155℃の図9に示されるローラー63を2.5バールのローラー圧で用いてクレートに適用された。クレートの予備加熱温度(図9のステーション60および61)は75℃であった。ラベルアプリケーター中のクレート59の速度は毎分40クレートであった。図9のステーション67でラベル適用後にクレートが加熱せられる後処理温度の影響を調べるために、40、65および90℃の後処理温度が用いられた。ラベル適用後クレートは20℃で少なくとも24時間保存された。ラベルの適用されたクレートが次いで20、50ならびに70℃の温度で0.5%NaOH溶液中に漬けられた。

クレートのソーキングは20リットルのソーキング浴中乱流なしで実施され、この時のソーキング時間(10~50秒)はソーキング後のクレートを6リットル

/分の割合でシャ

ワーヘッドで噴霧した時ラベルが2秒内に完全に除去されるようなソーキング時間であった。

べつの一セットのクレートが作られたが、この場合にはラベル適用後に図9のステーション6.6のようにワックスの被覆層が適用された。

2秒内のラベル除去に要するソーキング時間対透水率および後処理温度の結果が表Iおよび表IIに示されている。表I、その結果は図10にグラフ的に示されているが、からワックス層の無いラベルではソーキング液の温度が20℃より高いとソーキング時間は劇的に減少することが認められる。90℃の後加熱温度ではラベルの耐久性が増大しソーキング時間は5秒以上のままである。

表I クレート洗浄試験

(ワックス層無し)

0.5%苛性アルカリ					
T (℃)	後加熱 (℃)	時間 (秒)	時間 (秒)	時間 (秒)	平均 (秒)
20	なし	90	120		105
	40	180	150		165
	65	210	240		225
	90	480	420		450
50	なし	2	2	2	2
	40	3	3	3	3
	65	3	3	4	3.3
	90	15	14	13	14
70	なし	1	1	1	1
	40	1	1	1	1
	65	1	1	1	1
	90	6	6	7	6.3

最適後加熱温度は65℃～90℃であることが見いだされた。65℃以下の後  
加熱温度

では適用された転写層の融合があまりにも少なく、適用された転写層の耐久性は不十分であり貯蔵並びに使用中あまりにも容易に除去せられた。90℃より高い後処理温度では転写層の耐久性が大となりすぎ、経済的に採用可能な迅速な除去時間は達成されなかった。シャワー・ヘッドでの噴霧時間中に、ソーキング後、ラベルはクレートから剥がれ数片（2～4片）に分解する事が見いだされた。

図9のステーション67での火炎処理工程の前にステーション66でワックス層を適用するとラベルの耐久性は改善されソーキング時間は増大する。表IIから0.5%苛性液に対しワックス被覆ではソーキング時間が長くなることが認められる。表IIの結果は図11にグラフ的に示されている。

表II クレート洗浄試験

（ワックス層有り）

0.5%苛性アルカリ					
T (℃)	後加熱 (℃)	時間 (秒)	時間 (秒)	時間 (秒)	平均 (秒)
20	なし	150	150		150
	40	180	180		180
	65	300	270		285
	90	<600	420		600
50	なし	4	4	5	4.3
	40	6	6	6	6
	65	7	7	8	7.3
	90	13	14	16	14.3
70	なし	2	2	3	2.3
	40	2	2	2	2
	65	2	2	2	2
	90	6	6	7	6.3

上述の洗浄試験での試験と同様、単に20℃、120バル圧の高圧水ジェットを用い、コンベア速度15メートル／分、10センチメートルの距離で90°の噴霧角度でラベルを除去しようとしてもラベル除去は出来なかった。ワックス被覆および後加熱処理のないラベルでも、高圧水ジェットによる除去は不可能であった。

#### 鉛筆引書き試験

鉛筆引書き試験の目的は、カバーワックス層の採用およびラベル層の融合をおこすための加熱処理のような種々の手段を用いて得られるラベルの最小ならびに最大耐久性を確認するにある。ワックスを使用した場合と使用しない場合について種々な後加熱温度で処理されたラベル付きクレートが試験された。

これらラベルは上記の洗浄試験に用いられたものと同じラベルで、同じ条件下にクレートに適用された。鉛筆引書き試験はエリクセン（ドイツ国 デイ 5870 ヘマー、ピーオーポックス 720）より市販されている「スケア レジス

タンス テスト モデル435」を用いて実施された。

引搔試験中、プラスチック インサートのある鉛筆がその中央で水平に90°の角度でラベルを引搔くのに使用された。

ラベル適用後、クレートは20℃で少なくとも24時間保存した。引搔の前にこのクレートは乱流のない20℃の水中につけられた。引搔試験の結果は表III及び表IVに示されているが、引搔の結果がニュートンNで示されている。

表III 鉛筆引搔試験 (Nで)

ワックス被覆のないラベル

後加熱温度 (℃)	WPC	ソーキング時間(分)								
			0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5
なし			1 1	0.4 0.3	0.2 0.2	0.1 0.1				
40			1.3 1.1	0.9 0.7	0.2 0.2	0.1 0.1				
65			1.1 1	0.7 0.5	0.2 0.1	0.1 0.1				
90			1.5 1.1	1.2 1	0.8 0.8	0.6 0.6	0.6 0.5	0.4 0.3	0.2 0.2	0.1 0.1

表IV  
鉛筆引描試験 (Nで)  
ワックス被覆のあるラベル

後加熱 (℃)		ソーキング 時間 (分)											
		0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	4	5	6	7	8
なし	5	3	1.4	0.5	0.3	0.2	0.1						
	5	3	1.5	0.7	0.4	0.2	0.1						
40	5	2.8	1.3	0.4	0.3	0.1							
	5	3	1.4	0.6	0.4	0.2	0.1						
65	5	2.5	1.2	0.5	0.3	0.2	0.1						
	5	2.9	1.3	0.5	0.2	0.1							
90	5	4	2.5	1.3	0.7	0.7	0.6	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3
	5	1	2.8	1.5	0.8	0.7	0.5	0.3	0.3	0.2	0.2	0.2	0.2

表IIIおよびIVから、後加熱火炎処理は乾燥状態では転写層の耐スクラッチ性

にはあまり影響を及ぼさないことが判る。しかしながらソーキング後は鉛筆硬度が高いことから明らかに転写層の耐久性は後加熱火炎処理で増大する。表IVからラベルの上にワックス層を適用すると乾燥ラベルの耐スクラッチ性が非常に改善されるようである。110℃の高い後加熱火炎処理温度をワックス被覆と組み合わせて採用すると8ニュートンのスクラッチ力が得られた。鉛筆硬度8ニュートンのラベルは経済性な実施法では除去し得ない半永久的ラベルと見なしうる。

また90℃以上の後加熱温度では、ラベル付け中に種々の問題が起きる。というのはこういった温度でポリエチレンクレートは数回の適用後にもろくなり、クレート顔料が変色し、コンベアー上およびペレタイザー上で軟化クレートの変形が生じることが見いだされている。

65℃以下の後加熱温度では、ワックス被覆をもたぬラベルの場合、ラベルの強度が不充分であることが判った。ワックス被覆のないラベルでは、乾燥状態でのターゲット鉛筆硬度は大体1.2Nでなくてはならず、またスクラッチ力が0.3N以下におちるまでのソーキング時間は3分以下であるべきである。ワックス被覆ラベルでは乾燥状態でターゲットスクラッチ力が約5Nで、スクラッチ力が0.3N以下に落ちるまでのソーキング時間は、10分以内であるべきである。上述の特性を有する転写層が耐久性と洗浄性双方の最適組合せであることが判明した。

#### 水吸収試験

本発明にかかるラベルは、容器から、特にプラスチッククレートから容易に除去せられる。これはソーキング液がラベルに浸透でき、次いでラベルを数片に破壊し、容器からラベルを引き剥がす特定の透水性を有するからである。好ましいラベルは、下記の如き、水吸収試験で3時間の水吸収度が約5g/m<sup>2</sup>であることか判明した。本発明にかかるラベルは3時間後の水吸収度が0g/m<sup>2</sup>より大、100g/m<sup>2</sup>以下である。好ましいラベルの水放出度は下記の水吸出試験で30分間で4.5g/m<sup>2</sup>である。本発明に係る好ましいラベルは、3時間後に水放出度が0(完全バリヤー)より大、100g/m<sup>2</sup>以下である。

2種のサンプルが作られ、各サンプルは22.4℃、48%相対湿度で厚みが

12.  $7 \mu\text{m}$ のラベル2枚が含まれ、各サンプルの表面積は $85.8 \text{cm}^2$ であつた。各サンプルでは2枚のラベルが、 $3 \times 9 \times 0.02$ インチの单一のクリヤーガラス上に適用された。ラベ

ルの重量は非常に小であるため1片のガラス当たり2枚のラベルを適用して、2少数位電子グラムスケールの範囲内になる重量を得ることが必要であった。これらサンプルは下記の如く調整された。即ちガラス支持体を充分に清浄化し、オープン中にいれガラス表面が約 $250^\circ\text{F}$ の温度に達するまで加熱した。このガラスを次に加熱オープンから取り出しシリコーンゴムマット上において。直ちにこのガラス上にラベルをセットし、シリコーンローラーを用いてその表面に固着させた。ロール圧は、全ての囲いこまれた空気が除かれるまで（大体5~6回前進後退させ）ラベルの全長にわたり連続して加えられた。ガラスが冷却してからキャリヤーフィルムを除去した。その後、対流式オープン中で清浄なアルミニウムプレート（ガラス板より幾分大きなもの）を約 $250^\circ\text{F}$ に加熱しガラスをこのアルミニウムプレート表面上に（ラベル表面を下にして）置き、ガラス上表面を加熱するようにして、ガラス板の反対側にラベル付けした。次にラベルを上述の如く適用しシリコーンローラーで所定位置に固着させた。再びガラスが冷えた時キャリヤーフィルムを除去した。次に双方のラベル表面に乾燥重量 $0.043\text{g}$ のワックス被覆をもうけた。最後にプロパン酸化炎を用い、ラベルの全表面を火炎を迅速に通過させてどちらのラベルにも火炎処理を施した。サンプルが冷却したらこれらのラベルを直ちに水吸収試験に供した。

直径 $33.6\text{cm}$ 、高さ $24.13\text{cm}$ のステンレススチール浸水タンクに脱イオン水を満たした。水深はサンプルが全部つかるだけの深さとするよう注意がはらわれた。サンプルをタンクの底に垂直に底から少し離してセットした。ガラス支持体は浸積タンク中に細いワイヤーフレームの上にのせて置かれた。この水浸積タンク内に熱電対を入れた。表Vに示した時間毎にサンプルをタンクから取り出し過剰の表面水を吸い取り乾燥させ、サンプルの重量をはかり、またタンクへもどした。この手順を試験の期間中続けた。結果は表Vに示されている。サンプル1に関して、このサンプルは3時間マークで最大吸収 $0.04$ グラムに達し、こ

のレベルで水保持能力を断念するまで5時間マークまで保った。5時間後はラベルはその保水性を失った。我々は、この現象はラベル構造崩壊によるものと考えている。サンプル2については、このものも3時間マークで0.04グラムの最大吸収に達した。5時間マークでこのサンプルのその後の試験を中止し、後段の水放出試験にまわした。

水吸収試験から12.7ミクロンの好ましいラベルは、室温3時間で0.04 g / 85

.8 m<sup>2</sup>あるいは約5 g / m<sup>2</sup>の水吸収度を有していると推論される。

表V

## 水吸収試験

時間	サンプル1 重量g	サンプル2 重量g	相対湿度 (%)	タンク水温度 (°F)	室内空気 温度(°F)
8:00 a.m.	59.77	59.77	47	71	72.4
8:10 a.m.	59.80	59.80	47	71	72.4
9:00 a.m.	59.81	59.81	47	71	72.4
10:00 a.m.	59.83	59.83	47	71	72.4
11:00 a.m.	59.85	59.85	48	72	72.4
12:00 p.m.	59.85	59.85	48	72	72.6
1:00 p.m.	59.85		48	72	72.6
2:00 p.m.	59.84		48	72	72.6
3:00 p.m.	59.81		49	72	72.6

表Vのデータから各ラベルg重量を計算するには下記を参照されたい。

各サンプルには2つのラベルが使用されている。サンプル1の1.00pmでの重量を計算するには1:00pm の値から8:00amの値を引いて2で割る。例示すれば

1:00 p.m.	の値	59.85
8:00 a.m.	の値	59.77
		$0.08 / 2 = 0.04 \text{ g}$

### 水放出試験

上記水吸収試験の結論の直後に、上記で得られたサンプル2を水放出試験に供した。サンプルから付着水を吸い取りで除き、重量を測り、データーを記録した。このサンプルを先ず30分間大気温度にさらし、重量測定した。サンプルの重量測定の30分後、それを

予熱(53°C)試験オープン(小さな電気加熱オープン、キーニーラボラトリーズ インコーポレーテッド、モデル20 ラボ オープン)中に入れた。サンプルをこの予熱オープン中に1時間以上入れておき重量を測定した。その後サンプルを試験オープン中にもどしそこに3.5時間放置した。

表VIからサンプル2での吸収された水は大気の室温ならびに湿度(48%)に30分間さらすうちに放出されると結論付けられた。事実、このサンプルは元の重量から0.01gの重量損失が認められたが、これはラベルは据付で完全には乾燥しなかったことを示しているものと考えられる。従って、85.8cm<sup>2</sup>サイズ、12.7μmの厚みの好ましいラベルは24時間で0以下、0.10g以下の水放出度を示し、30分では0.045gの平均放出度を示す。

表VI

### 水放出試験

時間	サンプル2 重量g	室温 (°F)	相対湿度	オープン温度 (°C)
12:00 p.m.	59.85 g	72.6	48	53.5
12:30 p.m.	59.76 g	72.6	48	53.7
1:30 p.m.	59.76 g			52.3
次回の読み 5:00 a.m.	59.76 g			53.0

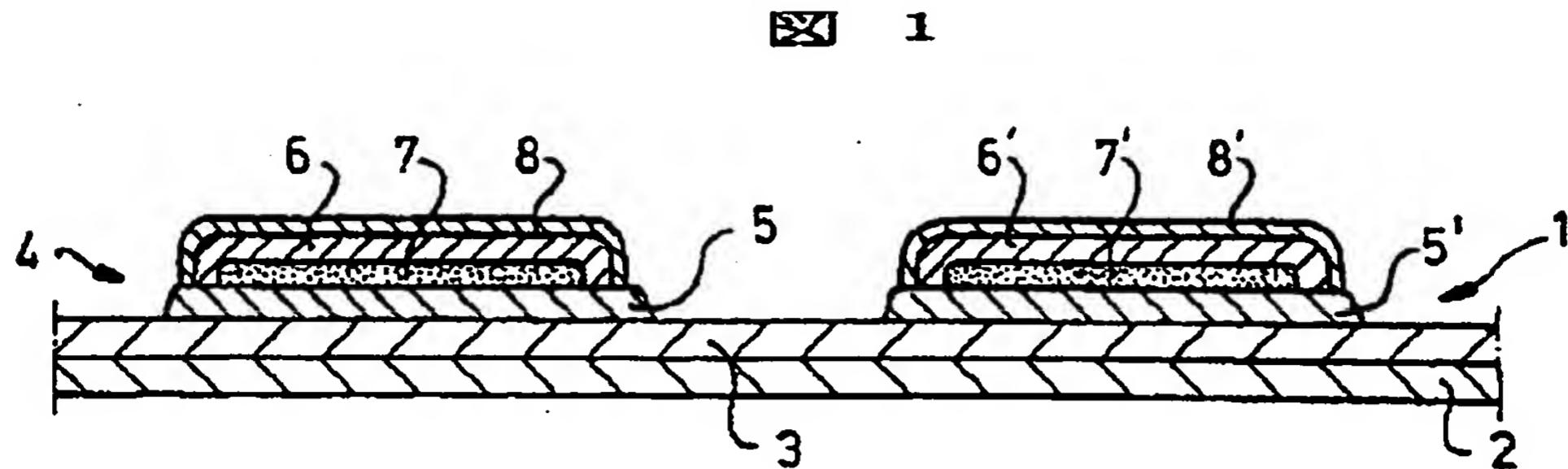
### 水蒸気透過度試験

本発明に係るラベルの耐久性と洗浄性の最適組合せは少なくとも一部はラベルのソーキング液に対する透過度によるものである。厚み12.7ミクロンの水吸収／放出試験で試験されたものと同じタイプの転写層のサンプルが水蒸気透過試験に用いられた。15.9ミリリットルのオリフィスを有する25ミリリットルガラス容器をアセトンで清浄化し、約10ミリリットルの脱イオン水を入れた。容器のオリフィス域が約118°Fに加熱され、加圧パッドとして小片のシリコーンゴムを用い、転写層のサークルセグメントがしっ

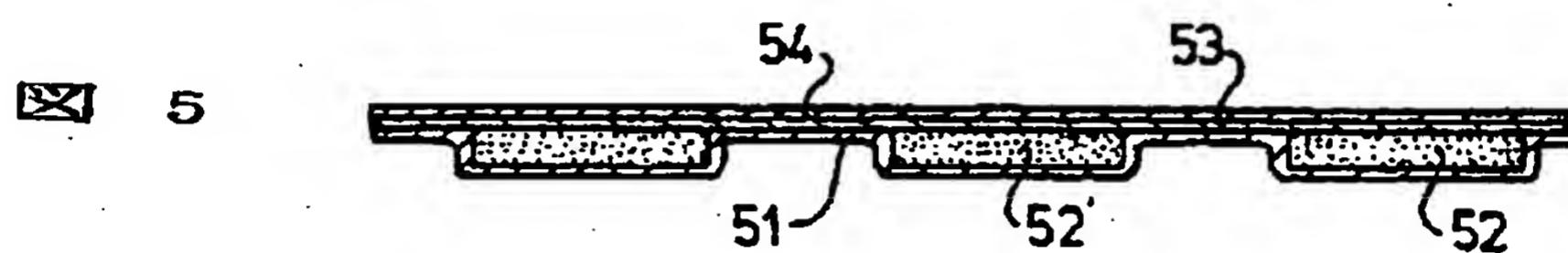
かりあてがわれた。容器／ラベルを冷却した後、裏打ちフィルムがゆっくり除去された。このサンプルプレレーションにワックス被覆（1.99cm<sup>2</sup>に0.001g）を施し、空気乾燥させて調整を完了した。上記と同じ寸法の第2のガラス容器をアセトンで充分清浄化し、脱イオン水10mlを入れた。サンプルのオリフィス域を同様に加熱した。このサンプルはコントロールサンプルとして用いた。調整完了サンプルを26.6時間にわたり、何回もの間隔をあけ、重量測定した。実験の全期間にわたる水蒸気透過度は、22.2°C、相対湿度46%で24時間に568.75g/m<sup>2</sup>の透過度に相当した。時間0から約28分までは「安定状態」の水蒸気透過度は得られなかった。時間0から28分後の「安定状態」データを用いると、水蒸気透過度は、約525g/m<sup>2</sup>/24時間であることが判った。

ラベルのないコントロールサンプルでの全時間での水蒸気透過度は1085.7g/m<sup>2</sup>/24時間であった。本発明に係る好ましいラベルの水蒸気透過度は24時間（22.2°C、相対湿度44%）で50~750g/m<sup>2</sup>の範囲内であり、好ましくは約500g/m<sup>2</sup>/24時間である。

【図1】



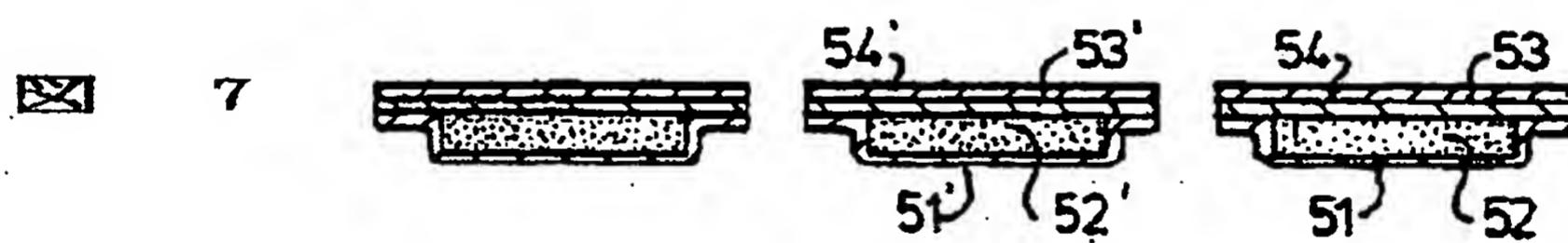
【図5】



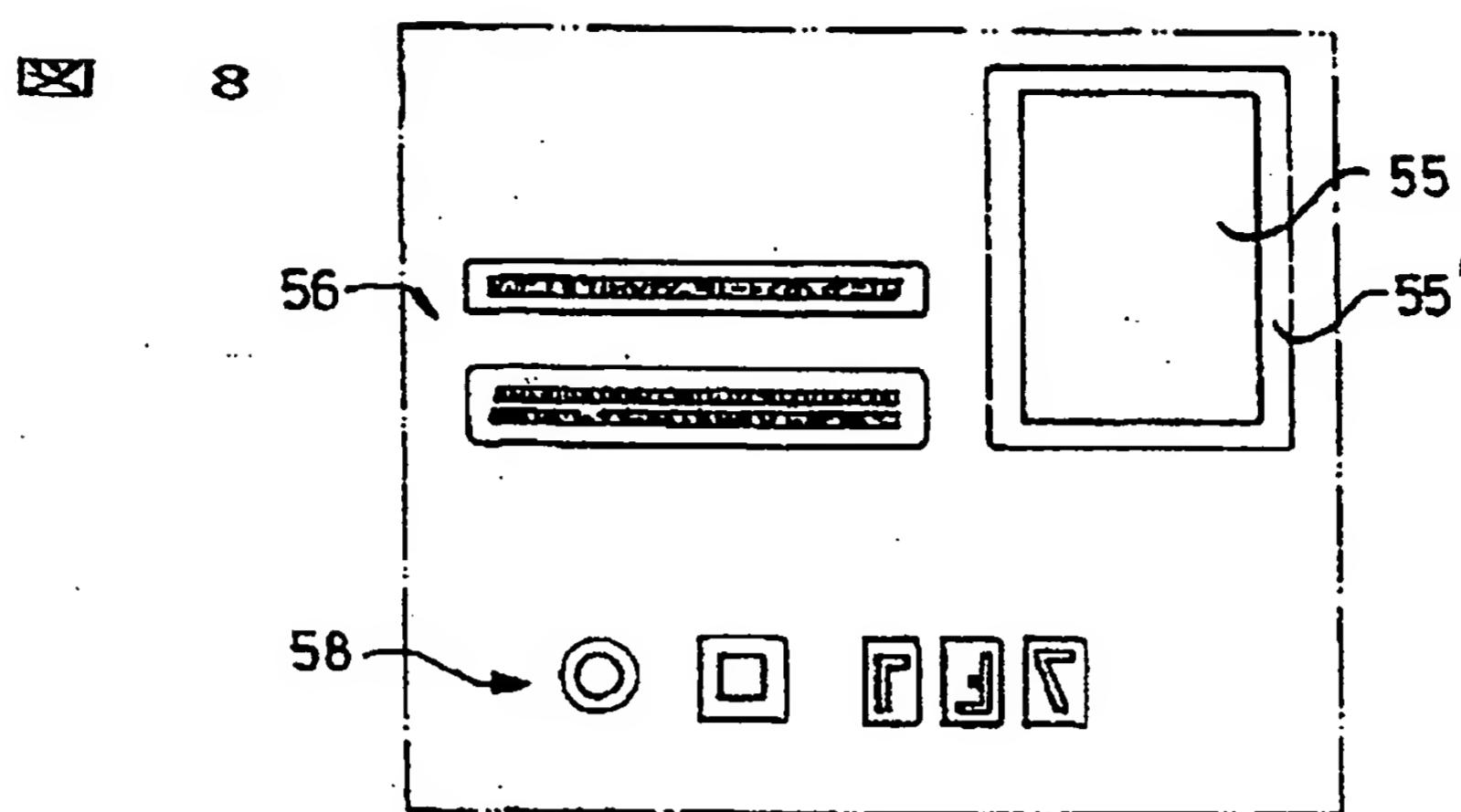
【図6】



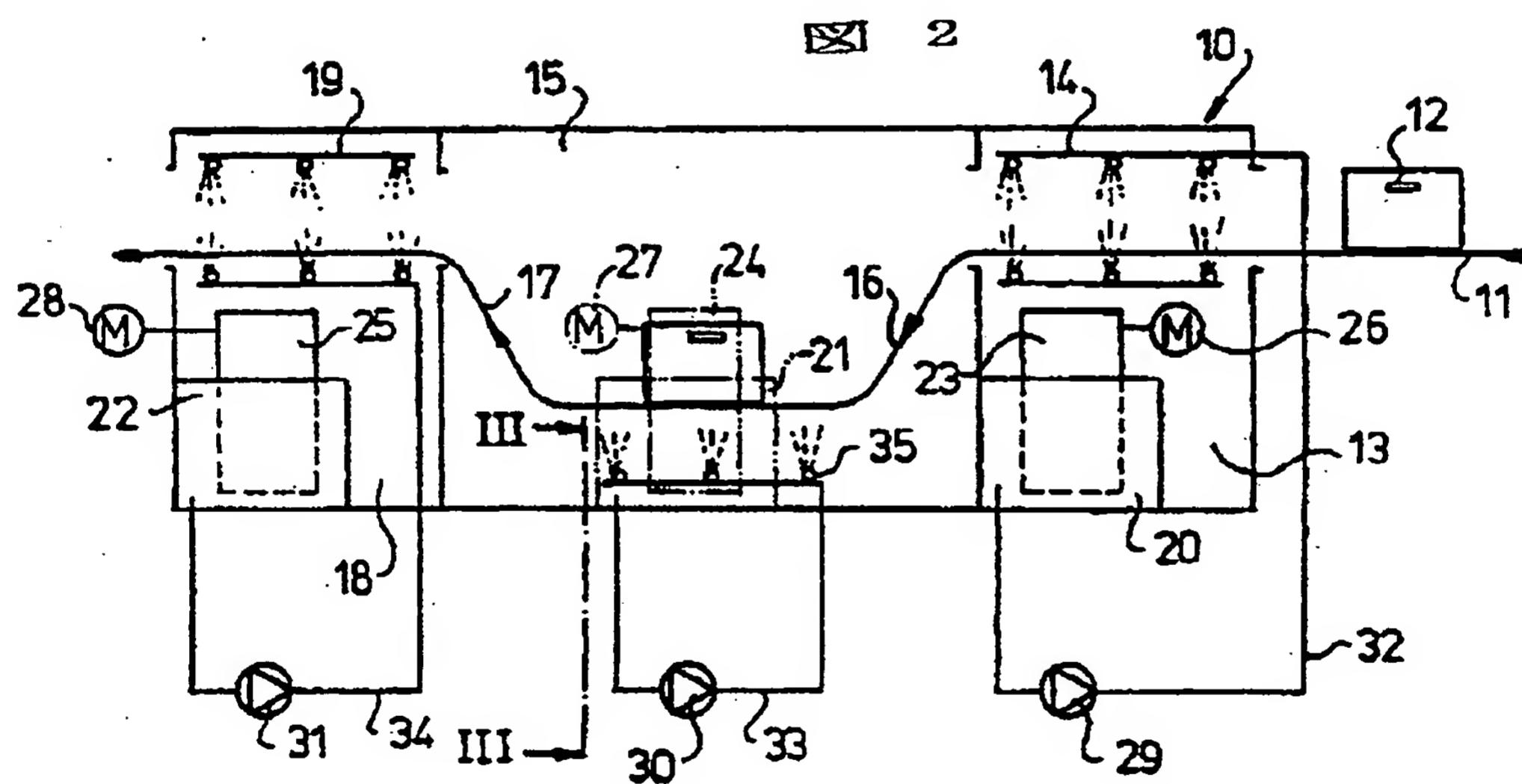
【図7】



【図8】

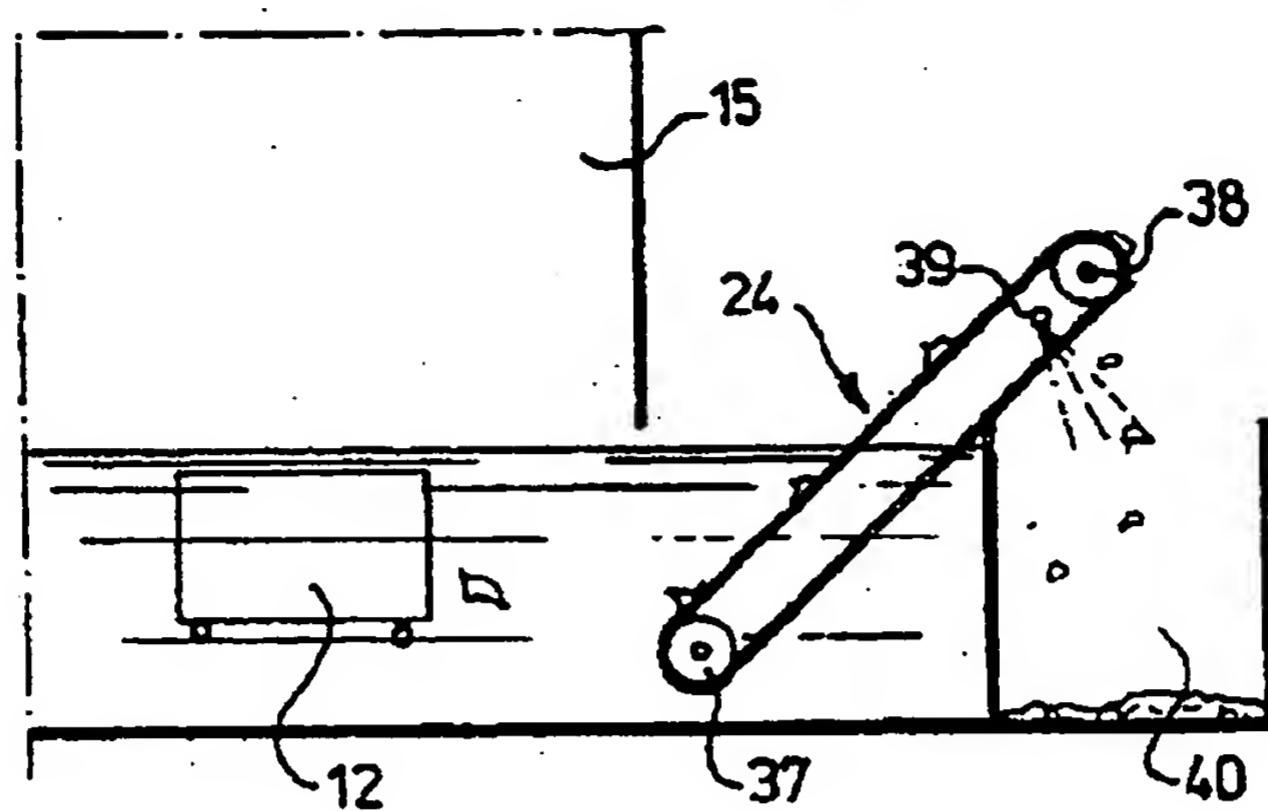


【図2】



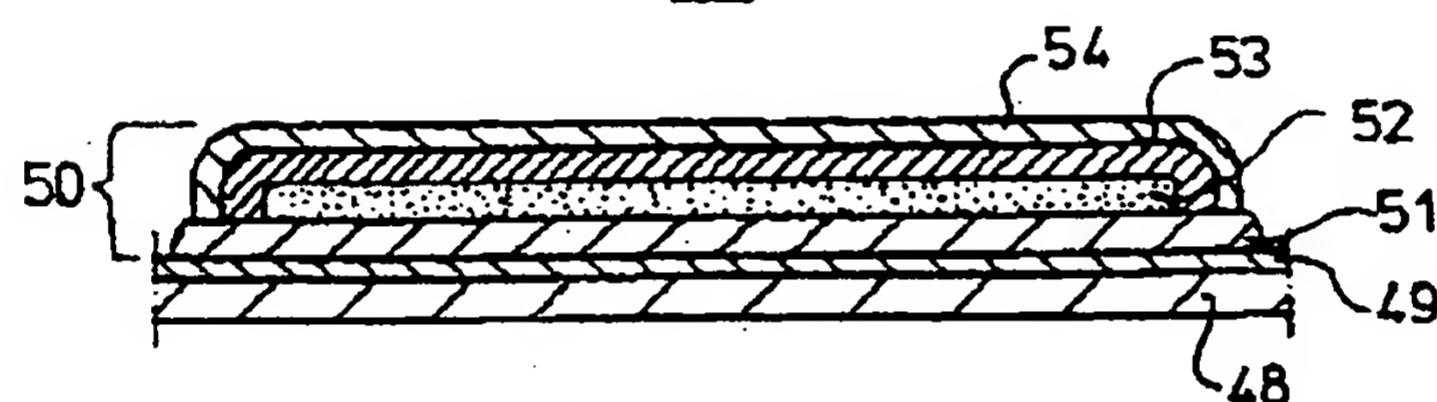
【図3】

図3 3

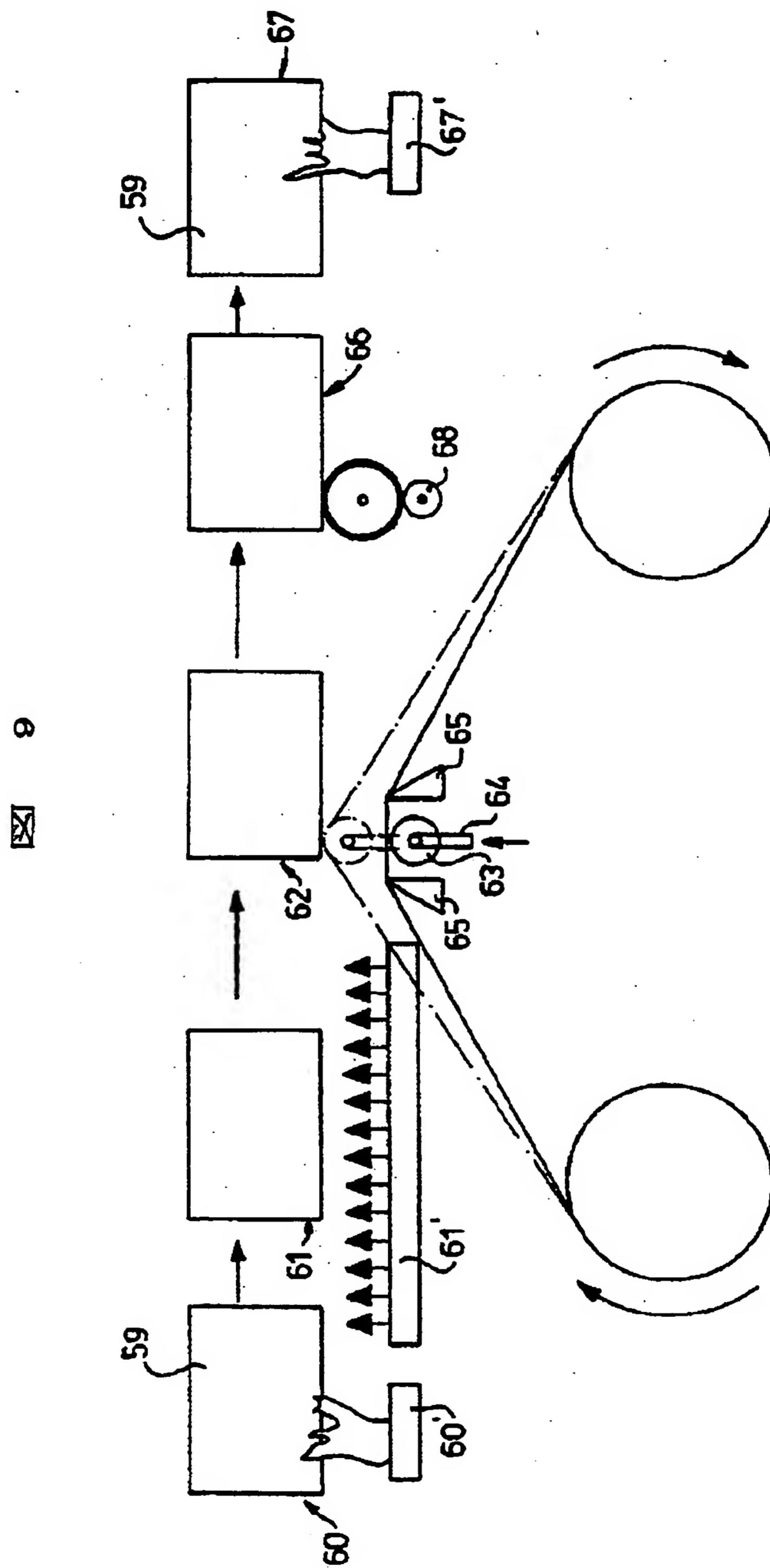


【図4】

図4 4

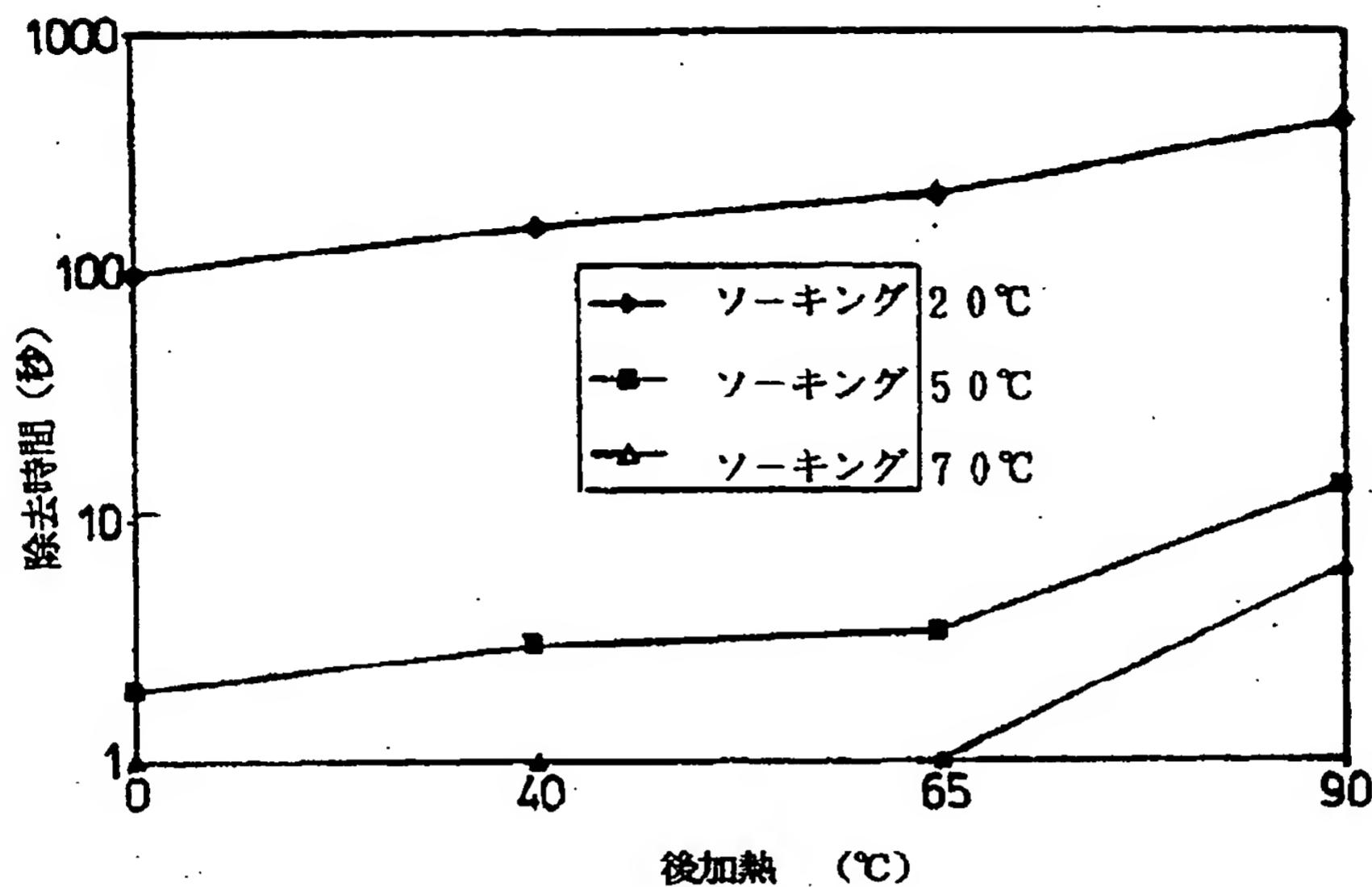


【図9】



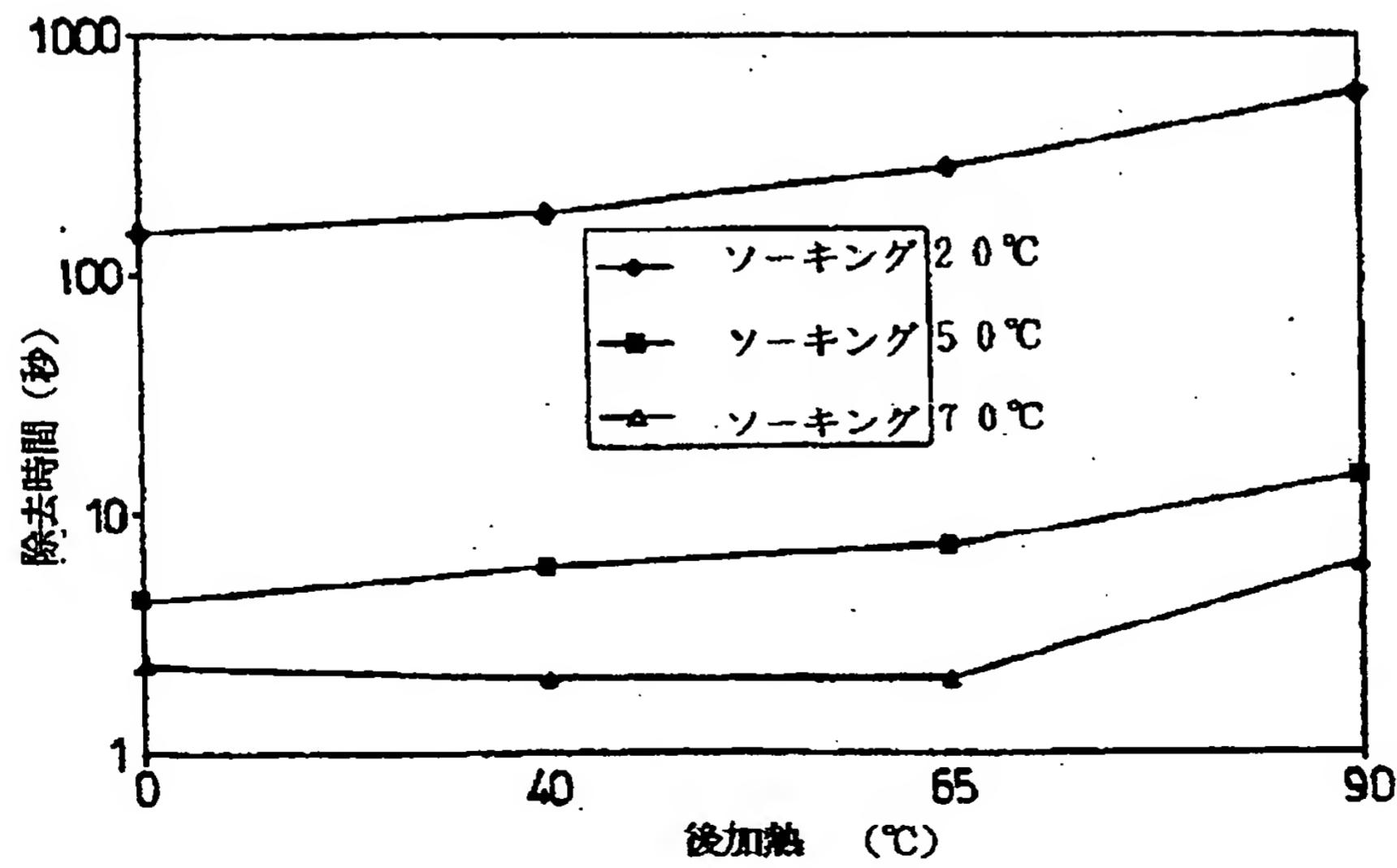
【図10】

図 10



【図11】

図 11



## 【国际調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Ref.	Local Application No.
	PC1/NL 97/08137

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 G09F3/10 B65D23/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC
---

B. FIELDS SEARCHED
--------------------

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 6 G09F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
---

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
--

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 615 838 A (COFRADEC S A) 21 September 1994 see column 6, line 29 - line 49; claims 1,5,9; figure 6 ---	1,16,23
A	EP 0 510 403 A (ZWECKFORM ETIKETTIERTECHNIK) 28 October 1992 see column 3, line 1 - line 32; figure 1 ---	1,16,23
A	DE 30 37 250 A (DUDZIK JOACHIM; DUDZIK WINFRIED) 29 April 1982 see page 10, paragraph 1; figure ---	1,16,23
A	WO 98 05088 A (BRANDT MFG SYST) 17 May 1998 cited in the application see page 8; figure 1 -----	1,16,23

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
---

15 May 1997

Date of mailing of the international search report
--

21.05.97

Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. Box 3018 Patentam 2 NL - 2230 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Telex 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3046
--

Authorized officer
--------------------

Hulme, S

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int'l Search Application No

PCT/NL 97/00137

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0615838 A	21-09-94	NONE	
EP 0510403 A	28-10-92	DE 4113751 A AT 144341 T DE 59207361 D ES 2893132 T	29-10-92 15-11-96 21-11-96 16-12-96
DE 3037250 A	29-04-82	NONE	
WO 9605088 A	17-05-90	CA 2002285 A CA 2002286 A CA 2002287 A CA 2002288 A EP 0441858 A EP 0441879 A EP 0737954 A JP 4501694 T JP 4503260 T US 5366251 A WO 9005567 A WO 9005031 A WO 9005353 A US 5458714 A	07-05-90 07-05-90 07-05-90 07-05-90 21-08-91 21-08-91 16-10-96 26-03-92 11-05-92 22-11-94 31-05-90 17-05-90 17-05-90 17-10-95

## フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,  
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, L  
U, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF  
, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE,  
SN, TD, TG), AP(GH, KE, LS, MW, S  
D, SZ, UG), UA(AM, AZ, BY, KG, KZ  
, MD, RU, TJ, TM), AL, AM, AT, AU  
, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH,  
CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, G  
B, GE, GH, HU, IL, IS, JP, KE, KG  
, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT,  
LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, N  
O, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG  
, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG,  
US, UZ, VN, YU

(72)発明者 ターナー ニール ドナルド

アメリカ合衆国 ベンシルバニア 18812  
ブラックニー アールディー1 ボック  
ス 67 シー

(72)発明者 ローセンズ エルワイン アントン  
オランダ国 2312 ダブリュイー ライデ  
ン ヤンボッセンステイグ30エー番地

(72)発明者 ブロム バトリック ヨハネス  
オランダ国 2324 ジェージー ライデン  
マーレルストラート 14番地

**PHARMACOLOGIC DRUG COMBINATION IN VAGAL-INDUCED ASYSTOLE.**

**Patent number:** MXPA00002043  
**Publication date:** 2004-03-10  
**Inventor:** PUSKAS JOHN D (US)  
**Applicant:** UNIV EMORY (US)  
**Classification:**  
- **international:** A61K31/138; A61K31/275; A61K31/277; A61K31/44;  
A61K31/445; A61K31/452; A61K31/138; A61K31/275;  
A61K31/44; A61K31/445; A61K31/452; (IPC1-7):  
A61K31/135; A61K31/27  
- **european:** A61K31/138; A61K31/275; A61K31/277; A61K31/44;  
A61K31/445; A61K31/452  
**Application number:** MX2000PA02043 20000225  
**Priority number(s):** US19970056994P 19970826; US19980072284P  
19980123; US19980139442 19980825;  
WO1998US17680 19980826

[Report a data error here](#)**Abstract of MXPA00002043**

Controlled cessation of heart beat during coronary bypass surgery and other cardiac surgeries on a beating heart improves surgical technique, and is achieved typically by electrical stimulation of the vagus nerve and administration of a combination of drugs.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**